

УТВЕРЖДАЮ

Заместитель директора

ФГУП «ВНИИОФИ»

Руководитель ГЦИ СИ

Н.П. Муравская



«25» марта 2014г.

РЕФРАКТОМЕТРЫ АВТОМАТИЧЕСКИЕ ЦИФРОВЫЕ
Abbemat 200

МЕТОДИКА ПОВЕРКИ
МП 01.Д4-14

Москва
2014

Настоящая методика поверки распространяется на рефрактометры автоматические цифровые Abbemat 200 (далее рефрактометры) производства фирмы Anton Paar GmbH, Австрия, предназначенные для измерения показателя преломления жидкостей n_D на длине волны $\lambda=589,3$ нм.

Интервал между поверками – 1 год.

1 Операции поверки

1.1 При проведении поверки должны производиться операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1

Наименование операции	Номер пункта методики	Проведение операции при	
		первичной поверке	периодической поверке
Внешний осмотр	6.1	да	да
Опробование	6.2	да	да
Проверка диапазонов измерений величины показателя преломления	6.3	да	да
Определение пределов допускаемой абсолютной погрешности результатов измерений показателя преломления	6.5	да	да

2 Средства поверки

2.1 При проведении поверки должны быть применены эталонные средства измерений, указанные в таблице 2.

Таблица 2

Номер пункта документа по поверке	Наименование и тип (условное обозначение) основного или вспомогательного средства поверки; обозначение нормативного документа, регламентирующего технические требования, и (или) метрологические и основные технические характеристики средства поверки												
6.3-6.4	1. Вода дистиллированная ГОСТ 6709-72* 2. Наборы жидких мер показателя преломления РЖЭ-1. Основные метрологические характеристики: Показатель преломления при температуре 20°C <table> <tr> <td>– n-гептан</td><td>1,385 ÷ 1,388</td></tr> <tr> <td>– циклогексан</td><td>1,425 ÷ 1,428</td></tr> <tr> <td>– 1,2-дихлорэтан</td><td>1,443 ÷ 1,446</td></tr> <tr> <td>– углерод четыреххлористый</td><td>1,459 ÷ 1,462</td></tr> <tr> <td>– бензол</td><td>1,500 ÷ 1,504</td></tr> <tr> <td>– α-бромнафталин</td><td>1,656 ÷ 1,659</td></tr> </table> Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений показателя преломлений n_D, не более $\pm 0,00003$.	– n-гептан	1,385 ÷ 1,388	– циклогексан	1,425 ÷ 1,428	– 1,2-дихлорэтан	1,443 ÷ 1,446	– углерод четыреххлористый	1,459 ÷ 1,462	– бензол	1,500 ÷ 1,504	– α-бромнафталин	1,656 ÷ 1,659
– n-гептан	1,385 ÷ 1,388												
– циклогексан	1,425 ÷ 1,428												
– 1,2-дихлорэтан	1,443 ÷ 1,446												
– углерод четыреххлористый	1,459 ÷ 1,462												
– бензол	1,500 ÷ 1,504												
– α-бромнафталин	1,656 ÷ 1,659												

2.2 Допускается применение средств поверки отечественного или зарубежного производства, обеспечивающих необходимые метрологические характеристики, разрешенные к применению на территории РФ.

3 Требования по безопасности и квалификации персонала

3.1 Поверку рефрактометров проводит персонал, ознакомленный с “Правилами технической эксплуатации электроустановок потребителей”.

3.2 При проведении поверки следует соблюдать требования, установленные ГОСТ 12.1.031-2010, ГОСТ 12.1.040-83, правилами по охране труда ПОТ Р М-016-2001 (РД 153-34.0-03.150-00) и Санитарными нормами и правилами устройства и эксплуатации

лазеров СанПиН 5804-91. Оборудование, применяемое при поверке, должно соответствовать требованиям ГОСТ 12.2.003-91. Воздух рабочей зоны должен соответствовать требованиям ГОСТ 12.1.005-88 при температуре помещения, соответствующей условиям испытаний для легких физических работ.

4 Условия проведения поверки

4.1 Все операции поверки проводятся (если условия не оговорены особо) при следующих условиях:

- температура окружающей среды, °С	20 ± 5
- относительная влажность, %, не более	90
- атмосферное давление, кПа	96 - 104

5 Подготовка к поверке

5.1 Изучить руководства по эксплуатации рефрактометров автоматических цифровых Abbemat 200.

5.2 Распаковать рефрактометры, убедиться что сетевой выключатель на приборе находится в положении «выключено». Подключить рефрактометр к адаптеру питания. Убедиться, что сетевое напряжение и частота соответствуют указанным на адаптере значениям. Подключить адаптер питания к электросети. Включить рефрактометр, переведя положение сетевого выключателя в положение «включено».

5.3 Расположить рефрактометр вдали от окон, отопительных устройств и осветительной аппаратуры.

5.4 Установить рефрактометр на ровную горизонтальную поверхность с соблюдением требований настоящей Программы испытаний. Выполнить необходимые подключения согласно п.5 РЭ.

5.5 Выдержать рефрактометр и вспомогательное оборудование в условиях, указанных в п. 4.1 настоящей методики поверки не менее 5 часов.

6 Проведение поверки

6.1 Внешний осмотр

6.1.1 При проведении внешнего осмотра должно быть проверено:

- отсутствие механических повреждений;
- наличие и прочность органов управления и коммутации, четкость фиксации их положения;
- чистота гнезд, разъемов и клемм;
- состояние соединительных кабелей;
- состояние и четкость маркировок.

При отрицательных результатах внешнего осмотра дальнейшие операции поверки не производятся.

6.2 Опробование

6.2.1 Включить рефрактометр. При поставке рефрактометры для работы без запроса пароля. Если установлены учетные записи пользователей и им назначены пароли, вам следует пропустить процедуры регистрации после включения прибора. Для этого при входе в систему выполните действия:

1. На правой стороне выберите индикатор пользователя и откройте диалог регистрации.

2. Нажмите "User". Выберите пользователя и введите ваш "Password" (пароль), нажав на <Edit>, и затем нажав на <OK>.

6.2.2 Изучить основные элементы управления рефрактометров (см. рисунок 1).

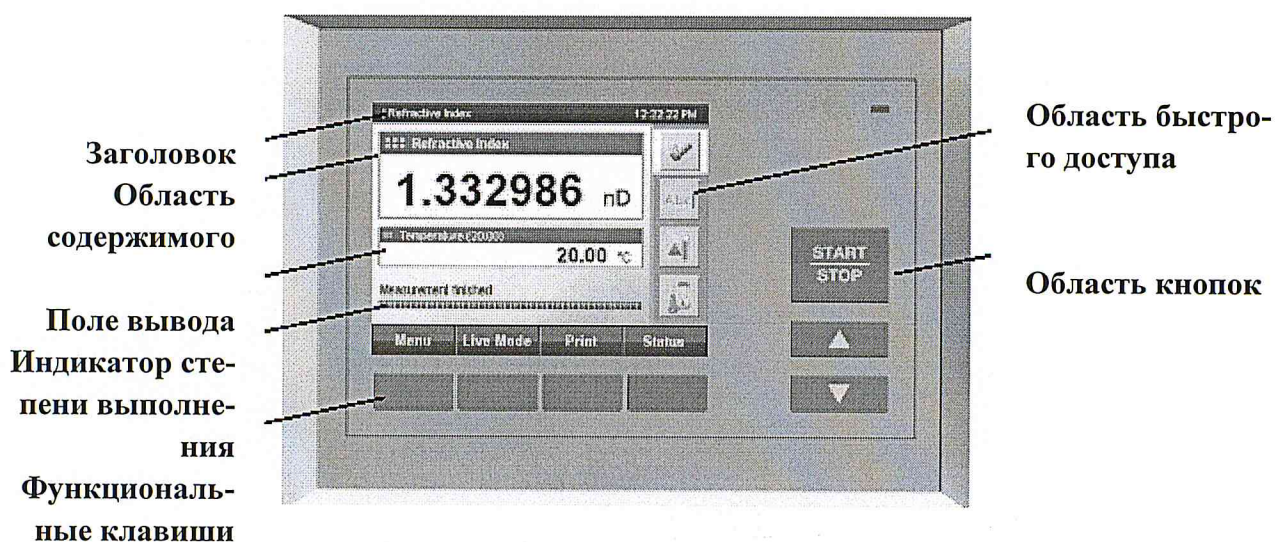


Рисунок 1 – Внешний вид главного экрана

Заголовок

В левой части заголовка указано название текущего активного метода.

В правой части заголовка находятся часы.

Область содержимого

В области содержимого отображаются измеряемые значения в полях вывода.

Индикатор степени выполнения внизу области содержимого указывает, находится ли на текущий момент прибор в состоянии измерения или же измерения уже были закончены.

Кнопки и программные клавиши

Кнопки и программные клавиши имеют следующие функции (могут меняться в контексте выбранного меню):

<Menu>	Открытие главного меню.
<Monitor>	Для изменения на отображение оперативных данных после того, как показания на дисплее остались неизменными после измерения
<Print>	Для печати текущих результатов
<Status>	Для отображения информации по фактическому статусу.
<Sample>	Для ввода названия образца.
<Method>	Выбор метода.
<User>	Для отображения информации по фактическому статусу.
<Start/Stop>	Запуск/остановка измерения.
▲ ▼	Клавиши <вверх> и <вниз> для перемещения по меню.

Кнопки быстрого доступа

	Открытие окна диагностики. В этом списке выводится общий статус прибора, а также все ошибки измерения, которые произошли при выполнении измерений с использованием текущего списка образцов. Кнопка позволяет изменить их отображение в зависимости от текущего статуса ошибки: С зеленой галочкой: Общий статус прибора находится в порядке.
	С желтым предупреждающим знаком: • Прибор (или система) имеют незначительные проблемы. • Один или более образцов находится вне установленных пределов.
	С красным знаком молнии: • Прибор (или система) имеют значительную проблему, которую необходимо устранить перед продолжением измерений. • Один или более образцов из текущего списка образцов не могут быть измерены. Чтобы сбросить кнопку диагностики на зеленую галочку, подтвердите все сообщения об ошибках, нажав кнопку <X> с правой стороны сообщения.
	Для ввода названия образца.
	Выбор метода.
	Для индикации текущего зарегистрированного пользователя и для смены пользователя.

Режим измерения

Если вы запустили измерение, нажав на <Start>, будут непрерывно отображаться измеряемые значения, пока измерение не завершится. Конечные значения замораживаются до начала следующего измерения. Если необходимо разморозить значения, нажмите <Monitor>.

Режим монитора

Если измерение еще не начато или оно прервано нажатием <Stop>, прибор находится в режиме монитора и непрерывно показывает измеряемые текущие значения.

6.2.3 Выполнить настройки рефрактометра.

Установка даты и времени:

1. Нажмите <Menu> и выберите **Setup > Control Panel > Date and Time**.
2. Введите текущие дату и время и нажмите <OK>.

Региональные настройки:

1. Нажмите <Menu> и выберите **Setup > Control Panel > Regional Settings**.
2. Введите значения в поля "Language" (Язык), "Data Format" (Формат данных) (для чисел, формата даты и времени и т.д.) и "External Keyboard Layout" (Расположение символов на внешней клавиатуре).
3. Нажмите <OK> для установки новых настроек.

Настройки единиц:

Для установки единиц измерения температуры и показателя преломления

1. Нажмите <Menu> и выберите **Setup > Measuring System Settings > Unit Settings**.
2. Выберите единицы измерения для температуры, "°C", "°F" или "K", и нажмите <OK>.
3. Выберите единицы для показателя преломления, например "nD" или "-", и нажмите <OK>.
4. Закройте диалоговое окно, нажав <OK>.

Методы измерения:

Каждый метод содержит следующую информацию:

- Параметры настройки прибора
- Температура измерения
- Точность измерения
- Время измерения

Метод	Индикатор / Параметры
Refractive Index (показатель преломления)	Индикатор: °Показатель преломления Температура (°C, °F, K) Метод общего назначения
%Brix	Индикатор: концентрация (г сахарозы/100 г раствора) Температура: 20°C; длина волны: 589 нм
%Brix (температурная компенсация)	Индикатор: концентрация (г сахарозы/100 г раствора) Температура: 15-40°C (ICUMSA) выше 40°C экстраполирована; длина волны: 589 нм

Определение параметров настроек измерений

Для каждого метода вы можете настроить следующие параметры измерений:

- *Температура измерения:* это температура, при которой должно проводиться измерение. Она будет автоматически настроена при выборе метода.
- *Использовать температурную компенсацию:* температура будет автоматически настроена на температуру измерения, когда управление температурой установлено в "On".
- *Точность измерения:* самое точное, точное, быстрое измерение.

Для определения параметров измерения

1. Нажмите <Menu> и выберите **Methods > Method Settings**
2. Выберите метод и нажмите <Edit>
3. Введите температуру измерения, если это поддерживается.
Примечание: Некоторые методы не позволяют изменять температуру, так как они действительны только при определенной температуре. В этом случае соответствующие поля ввода затеняются.
4. Включение / отключение температурного контроля

5. Выберите точность измерения
6. Введите время удержания
7. Нажмите <OK>

Выбор метода измерения

Можно выбрать метод, используя кнопку <Method>.

Для выбора метода с помощью кнопки <Method>

1. Используйте клавишу <вверх> или <вниз> для перемещения к значку метода .
2. На главном экране нажмите <Method> для открытия параметров настройки метода.
3. Выделите метод и нажмите <Set>.

6.2.4 Нанести воду дистиллированную ГОСТ 6709-72* на измерительную призму. Для удобного дозирования жидких образцов рекомендуется использовать полиэтиленовые пипетки (см. рисунок 2). Могут быть удобно измерены образцы с достаточно большим поверхностным натяжением, а также пастообразные образцы. Достаточно трех или четырех капель таких образцов (~ 1 мл). Толщина наносимой пленки образца должна быть не менее 1 мм.



Рисунок 2 – нанесение образца на измерительную призму.

Убедиться, что образец полностью покрывает измерительную призму и плотно накрыть его крышкой, входящей в комплект поставки рефрактометра.

Установить шкалу показателя преломления nD согласно п. 4.6.3 настоящей программы испытаний. На мембранной клавиатуре нажмите кнопку <Start> и дождитесь завершения измерений.

Красный индикатор степени выполнения указывает на степень выполнения измерения, отображается сообщение "Measuring" (измерение).

Когда измерение закончено, индикатор степени выполнения становится зеленым, и отображается сообщение "Measurement finished" (измерение закончено).

Измеренное значение показателя преломления воды дистиллированной должно составлять 1,33299.

6.2.5 При проведении опробования проверяют идентификационные данные программного обеспечения.

Они должны соответствовать данным, приведенным в таблице 3.

Таблица 3

Идентификационное наименование ПО	Номер версии (идентификационный номер) ПО	Цифровой идентификатор ПО (контрольная сумма исполняемого кода)	Алгоритм вычисления идентификатора ПО
Abbemat 200,003,683	V1.20	17f03df5b855cf4f5094d8b8ad623795	MD 5

6.2.6 При отрицательных результатах опробования дальнейшие операции не производятся.

6.3 Определение диапазонов измерений величины показателя преломления

6.3.1 Определение диапазона измерений рефрактометров осуществляется путем последовательного измерения величины показателя преломления мер показателя преломления, указанных в таблице 4.

6.3.2 Установить шкалу показателя преломления. Для этого необходимо выбрать метод, используя кнопку <Method> и порядок действий, описанный в п. 6.2.3 и 6.2.5 настоящей методики поверки.

6.3.3 Очистить поверхность измерительной призмы и кювету для образца с помощью гигроскопической хлопковой ваты по ГОСТ 5556-81, смоченной в этиловом спирте. Тщательно протереть бумажной салфеткой. Наличие ворсинок, разводов не допускается.

6.3.4 Нанести образец на измерительную призму. Толщина наносимой пленки образца должна быть не менее 1 мм. Убедиться, что образец полностью покрывает измерительную призму и плотно накрыть его крышкой, входящей в комплект поставки рефрактометра.

6.3.5 На мембранной клавиатуре нажмите кнопку <Start> и дождитесь завершения измерений. Красный индикатор степени выполнения указывает на степень выполнения измерения, отображается сообщение "Measuring" (измерение). Когда измерение закончено, индикатор степени выполнения становится зеленым, и отображается сообщение "Measurement finished" (измерение закончено).

6.3.6 Повторить требования пп. 6.3.3-6.3.5 не менее 5 раз.

6.3.7 Удалить измеряемый образец с поверхности призмы, согласно требованиям п. 6.3.3 настоящей программы испытаний. В некоторых случаях может потребоваться промежуточная очистка с помощью воды или другого растворителя, например этанола или ацетона.

6.3.8 Определить среднее арифметическое $\bar{n}$ из измеренных значений показателя преломления n_i по формуле 1:

$$\bar{n} = \frac{1}{k} \sum_{i=1}^k n_i, \quad (1)$$

где $i = 1, 2, \dots, k$ - номер измерения,
 k - количество измерений.

6.3.9 Выполнить действия пп. 6.3.2-6.3.8 для трех мер показателя преломления из таблицы 4.

Таблица 4

Мера показателя преломления
Жидкие меры показателя преломления, входящие в набор РЖЭ-1: n-гептан
Жидкие меры показателя преломления, входящие в набор РЖЭ-1: циклогексан (или 1,2-дихлорэтан, или четыреххлористый углерод)
Жидкие меры показателя преломления, входящие в набор РЖЭ-1: бензол

6.4 Определение пределов допускаемой абсолютной погрешности результатов измерений показателя преломления

6.4.1 Вычислить абсолютную погрешность результата измерения по формуле 2:

$$\Delta_n = \bar{n} - n_0, \quad (2)$$

где n_0 – значение показателя преломления меры, приведенное в свидетельстве о ее поверке,

$\bar{n}$ – среднее арифметическое из измеренных значений показателя преломления, вычисленных по формуле (1).

6.4.2 Рефрактометры считаются прошедшими испытания, если пределы допускаемой абсолютной погрешности результата измерений показателя преломления составляют $\pm 0,0001 n_D$.

7 Оформление результатов поверки

7.1 Результаты поверки рефрактометра заносят в протокол по прилагаемой форме.

7.2 Положительные результаты поверки оформляются свидетельством о поверке.

7.3 Отрицательные результаты поверки оформляются извещением о непригодности с указанием причин. Эксплуатация рефрактометра при этом не допускается.

Начальник отдела ФГУП «ВНИИОФИ»

А.В. Иванов

Начальник лаборатории ФГУП «ВНИИОФИ»

Г.Н. Вишняков

Руководитель группы испытаний СИ
ФГУП «ВНИИОФИ»

Т. Н. Ссыпных

Мл. научный сотрудник ФГУП «ВНИИОФИ»

М.М. Ермаков

Приложение А

ПРОТОКОЛ №

от «__» _____ 201__ г.

1. Общие данные о поверяемом средстве измерения:

- наименование
- тип
- заводской номер
- владелец средства измерения (наименование предприятия, адрес, ИНН/КПП)
- заказчик (наименование предприятия, адрес, ИНН/КПП)

2. Метрологические характеристики.

абсолютная погрешность результата измерения показателя преломления.

3. Условия поверки:

- температура окружающего воздуха
- атмосферное давление
- относительная влажность воздуха

4. Замечания по внешнему осмотру.

5. Результаты поверки.

Прибор \ Жидкость n_0			
	n_D	n_D	n_D
Среднее арифметическое значение			
Абсолютная погрешность			

Поверка проведена в соответствии с документом «Рефрактометры автоматические цифровые моделей Abbemat 200. Методика поверки МП 01.Д4-14».

По результатам поверки средство измерения признано пригодным к применению (или непригодным – указать причину) в качестве рабочего средства измерения.

Срок очередной поверки _____

Проверку проводил _____

Дата _____